

07.10.2004

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application: 2003年12月26日

出 願 番 号
Application Number: 特願2003-431698
[ST. 10/C]: [JP2003-431698]

REC'D 02 DEC 2004	
WIPO	PCT

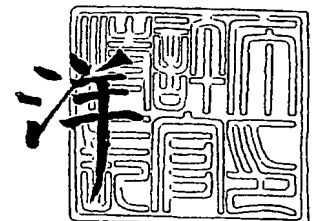
出 願 人
Applicant(s): 花王株式会社

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2004年11月19日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

小 川



BEST AVAILABLE COPY

【書類名】 特許願
【整理番号】 P03-072700
【提出日】 平成15年12月26日
【あて先】 特許庁長官 今井 康夫 殿
【国際特許分類】 B01F 7/00
【発明者】
 【住所又は居所】 栃木県芳賀郡市貝町赤羽 2 6 0 6 花王株式会社研究所内
 【氏名】 大塚 仁史
【発明者】
 【住所又は居所】 栃木県芳賀郡市貝町赤羽 2 6 0 6 花王株式会社研究所内
 【氏名】 大賀 英俊
【発明者】
 【住所又は居所】 栃木県芳賀郡市貝町赤羽 2 6 0 6 花王株式会社研究所内
 【氏名】 小田嶋 信吾
【発明者】
 【住所又は居所】 栃木県芳賀郡市貝町赤羽 2 6 0 6 花王株式会社研究所内
 【氏名】 後藤 実
【特許出願人】
 【識別番号】 000000918
 【氏名又は名称】 花王株式会社
【代理人】
 【識別番号】 100076532
 【弁理士】
 【氏名又は名称】 羽鳥 修
【選任した代理人】
 【識別番号】 100101292
 【弁理士】
 【氏名又は名称】 松嶋 善之
【手数料の表示】
 【予納台帳番号】 013398
 【納付金額】 21,000円
【提出物件の目録】
 【物件名】 特許請求の範囲 1
 【物件名】 明細書 1
 【物件名】 図面 1
 【物件名】 要約書 1
 【包括委任状番号】 9902363

【書類名】 特許請求の範囲**【請求項 1】**

50～95重量%のワックス及び5～50重量%の高分子物質を含むワックスを主体とする組成物の製造方法であって、予め5～45重量%のワックス及び55～95重量%の高分子物質を含むマスターバッチを調製するマスターバッチ調製工程と、このマスターバッチにワックスを更に添加し混練する本練り工程とを具備するワックス組成物の製造方法。

【請求項 2】

マスターバッチ調製工程において、ワックスの融解完了温度未満の温度で、該ワックスと高分子物質とを混練する請求項1記載のワックス組成物の製造方法。

【請求項 3】

マスターバッチ調製工程において、全量の高分子物質を混練機に一括投入し、次いでワックスを混練機に分割投入する請求項1又は2記載のワックス組成物の製造方法。

【請求項 4】

一回当たりのワックスの投入量が、高分子物質全量に対して1～15重量%となるようにワックスを分割投入する請求項3記載のワックス組成物の製造方法。

【請求項 5】

ワックスの投入回数に連れてその投入量が漸次多くなるようにワックスを分割投入する請求項3又は4記載のワックス組成物の製造方法。

【請求項 6】

マスターバッチ調製工程において、ワックスと高分子物質とをバッチ式混練機によって混練し、

バッチ式混練機に投入するワックス及び高分子物質の総容量が、該混練機の容量の60～100%となるように、ワックス及び高分子物質を投入する請求項1～5の何れかに記載のワックス組成物の製造方法。

【請求項 7】

本練り工程において、ワックスの融解完了温度未満で、該ワックスとマスターバッチとを混練する請求項1～6の何れかに記載のワックス組成物の製造方法。

【請求項 8】

本練り工程において、全量のマスターバッチを混練機に一括投入し、次いでワックスを混練機に分割投入する請求項1～7の何れかに記載のワックス組成物の製造方法。

【請求項 9】

一回当たりのワックスの投入量が、マスターバッチ全量に対して5～30重量%となるようにワックスを分割投入する請求項8記載のワックス組成物の製造方法。

【請求項 10】

ワックスの投入回数に連れてその投入量が漸次多くなるようにワックスを分割投入する請求項8又は9記載のワックス組成物の製造方法。

【請求項 11】

本練り工程において、ワックスとマスターバッチとをバッチ式混練機によって混練し、バッチ式混練機に投入するワックス及びマスターバッチの総容量が、該混練機の容量の60%以上となるように、ワックス及びマスターバッチを投入する請求項1～10の何れかに記載のワックス組成物の製造方法。

【書類名】明細書

【発明の名称】ワックス組成物の製造方法

【技術分野】

【0001】

本発明は、ワックスを主体とする組成物の製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

防湿コーティング剤などのワックスを主体とする組成物を得る手段としては、従来は、主として組成物の成分を熔融状態で機械的に混合する方法（例えば、下記特許文献1参照）、ワックスエマルジョンを用いて混合する方法（例えば、下記特許文献2参照）が用いられてきた。

【0003】

【特許文献1】特開平7-278510号公報

【特許文献2】特開昭59-66598号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

しかし前記の方法には以下の問題があった。熔融状態で機械的に混合する方法では、熔融状態のワックスの粘度が低いために、固体状または高粘度の物質との混合を行う場合に、これら被混合物へ十分な剪断力が加わらないために、各成分の均一な分散状態を得るのが困難であった。ワックスエマルジョンを用いる方法では、エマルジョンを構成する成分の粒子サイズ以下で該成分を分散させることが不可能であるため、均一な分散状態の組成物を得ることが困難であった。

【0005】

従って本発明の目的は、前述した従来技術が有する種々の欠点のないワックス組成物の製造方法を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0006】

本発明は、50～95重量%のワックス及び5～50重量%の高分子物質を含むワックスを主体とする組成物の製造方法であって、予め5～45重量%のワックス及び55～95重量%の高分子物質を含むマスターバッチを調製するマスターバッチ調製工程と、このマスターバッチにワックスを更に添加し混練する本練り工程とを具備するワックス組成物の製造方法を提供することにより前記目的を達成したものである。

【発明の効果】

【0007】

本発明の製造方法によれば、各成分の分散が均一なワックス組成物を、短時間且つ低コストで収率よく製造できる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0008】

以下本発明を、その好ましい実施形態に基づき説明する。本発明の製造方法に従い製造される組成物はワックス及び該ワックス以外的高分子物質を含むものである。ワックス組成物はワックスを主体とするものであり、その含有量は50～95重量%、好ましくは65～75重量%である。もう一方の成分である高分子物質の含有量は5～50重量%、好ましくは25～35重量%である。このような組成のワックス組成物は、例えば防湿フィルムや接着剤として特に好適に用いられる。またワックス組成物は、有機又は無機の粉体からなる充填剤等の第三成分を必要に応じ含有していてもよい。

【0009】

ワックスとしては例えば、植物系ワックス、動物系ワックス、鉱物系ワックス、石油系ワックス、合成ワックス等を用いることができる。これらのワックスは単独で又は二種以上を組み合わせ用いることができる（府瀬川健蔵、「ワックスの性質と応用」、幸書房

、1993年、改訂2版第1刷、2頁目、表1. 0. 1に記載されたワックスが使用可能である)。植物系ワックスとしては、ライスワックス、カルナバワックス、木ろう、キャンデリラワックス等が挙げられる。動物系ワックスとしては、みつろう、ラノリン、鯨ろう等が挙げられる。石油系ワックスとしては、マイクロクリスタリンワックス、パラフィンワックス等が挙げられる。合成ワックスとしては、ポリエチレンワックス、フィッシュートロプシュワックス等が挙げられる。鉱物ワックスとしては、モンタンワックス、オゾケライト、セレンシ等が挙げられる。これらのワックスはいずれも好ましく使用することができるが、十分な冷却能力を持つ混合機を使用できない場合には、混練時の剪断発熱による温度上昇でワックス中の低融点成分が融解してワックスの粘度が低下し、被混合物（ワックスと混合される物質をいう）に十分な剪断力が加わらなくなるおそれがあるので、低融点成分が少ないワックスを用いることが好ましい。同様の理由で、非晶成分が少ないワックスを用いることが好ましい。ただし、ワックス組成物の用途によっては、生活温度範囲である程度の粘着性を必要とする場合があるので、混合に大きな影響を与えない範囲で、適度な量の低融点成分や非晶成分を含有することが好ましい場合もある。かかる観点から、JIS K 2235-5. 3. 2に記載の方法で測定された融点が40℃以上であるものが好ましく、60℃以上であるものがより好ましい。

【0010】

ワックス組成物に生分解性が要求される場合には、生分解度（JIS K 6950又はJIS K 6953）が30%以上、特に50%以上、とりわけ60%以上のワックスを用いることが好ましい。

【0011】

前記ワックスは、混練機に供給するに先立って、粉碎機、押出機、融解させた後に液滴を冷却するなどの方法によって適切な大きさのペレットまたは粉体状（例えば平均直径2～10mm又は、微粉1mm以下）にすることが好ましい。

【0012】

前記高分子物質（以下、被混合物ともいう）は、ワックスの固体状態もしくは熔融状態の物性改質や機能付加等を目的として用いることができる。例えば、固体状態の力学強度（破断強度、衝撃強度、曲げ強度、柔軟性付与等）、他の材料への接着性向上や、熔融状態での熔融粘度向上等である。

【0013】

前記高分子物質としては、ポリオレフィン系樹脂、ポリエステル系樹脂、ポリアミド系樹脂等の結晶性高分子、未架橋のゴムやポリエステル系、ポリアミド系、ポリスチレン系、ポリ（メタ）アクリル系の共重合体等の非晶性高分子若しくは低結晶性高分子等が挙げられる。混合する高分子物質を微細に分散するためには、結晶性高分子の場合にはワックスの融解終了温度以下である所望の混合温度において熔融するものが好ましく、非晶性高分子の場合にはワックスの融解終了温度以下である所望の混合温度以下にガラス転移温度を有するものが好ましい。

【0014】

具体的には、前記結晶性高分子としては、エチレン- α -オレフィン共重合体、エチレン-酢酸ビニル共重合体、エチレン-メタクリル酸共重合体、ポリプロラクトン、ポリブチレンテレフタレートアジペート、ポリブチレンサクシネートアジペート等の融点の低い高分子、前記非晶性高分子としては、イソプレングム、天然ゴム、ポリd, l-乳酸等であり、これらを単独若しくは複数選択して用いることができる。

【0015】

前記ワックス組成物に生分解性が要求される場合には、物性改質に高い効果を有する生分解性の高分子として、前記の中でも特に天然ゴム又は合成イソプレングムが好ましく用いられる。ワックスと、天然ゴム又は合成イソプレングムとの混合において、本発明の製造方法は非常に高い効果を発現し、従来得られなかった物性改質効果を有する組成物を、溶剤等を用いることなしに得ることができる。ワックスと天然ゴム又は合成イソプレングムを本発明の方法により混合することで、天然ゴム又は合成イソプレングムをワックス中

に極めて均一に混合させることが可能となり、ワックスの熔融粘度を非常に高くしたり、ワックス融点以下でのワックスの脆さを大きく改善するなどの効果が得られる。前記高分子物質は、単独で使用することもでき、二種以上を併用することもできる。

【0016】

また、本発明の製造方法を用いると、コーンスターチ、デンプン、各種高分子粉体などの有機粉体や、酸化チタン、タルク、雲母、スメクタイト、シリカ等の無機粉体もワックス中に均一に分散させることができる。特に、疎水性の高いワックス中に、親水性の比較的高い粉体を分散させる場合、ワックスの融点以上でこれらを混練すると、粉体が凝集して分散が不十分となるが、本発明の製造方法を用いることで高い分散性を得ることが可能となる。

【0017】

本発明のワックス組成物には、混練に支障ない範囲で、酸化防止剤、着色剤、分散助剤、その他必要に応じて適宜添加剤等を含ませることもできる。

【0018】

本発明で使用される混練機としては、それ自体公知の装置であり、たとえば容器内で互いに異方向に回転可能な二枚の混練羽根を有する加圧ニーダー等が挙げられる。

【0019】

次に、以上の各成分を含むワックス組成物の製造方法について説明する。本発明のワックス組成物の製造方法では、前記ワックスと前記被混合物とを該ワックスの融解完了温度未満の温度、好ましくはDSC測定により得た融解曲線から求めたワックスの熔融ピーク温度以下の温度で混練機によって混合して組成物を得るのが好ましい。熔融ピークが複数ある場合は、融解熱量の最も大きなピークのピーク温度以下で混合することが好ましい。かかる条件で混合することで、ワックスの融解によるワックスの急激な粘度が低下もなく、被混合物に十分な剪断力が加わり、均一なワックス組成物を得ることができる。ワックスの融解完了温度未満の温度で混合すると、未熔融状態のワックスの結晶が残っているため、ワックスを見かけ上高粘度の流動体として扱うことができるので、一般的に行われているプラスチック材料のコンパウンドと同様の方法により、ワックスと被混合物の混合を行うことができる。

【0020】

より好ましい混合温度の選定方法を述べる。すなわち、DSC測定により得たワックスの融解曲線から、融解ワックス成分の全吸熱量を ΔH と、混合温度よりも低温側の吸熱量の $\Delta H'$ の比 $\Delta H' / \Delta H$ が、好ましくは0.7以下となる温度範囲、より好ましくは0.5以下となる温度範囲、さらに好ましくは0.3以下となる温度範囲を選定することで、一層良好な混合が可能となる。ワックスの融解開始温度よりも低い温度で混合を行うことに支障は無いが、結晶性の高い硬いワックスなどの場合には、混合温度で粘性を有することが均一な混合物を得る上で好ましい場合があり、その場合には $\Delta H' / \Delta H$ の下限の温度として、好ましくは0.03以上、より好ましくは0.05以上となるよう選択する。同様の考え方として、ワックスの融解開始温度近傍もしくはそれよりも低い温度で混合する場合に、ワックスの可塑化効果を有するオイル成分などを適量（ワックス組成物中に好ましくは20wt%以下、より好ましくは10wt%以下となるように）を添加することも可能である。

【0021】

最適な混合温度は、被混合物の物性に合わせて、前記の混合温度の中から適宜選択することができる。例えば、被混合物が非晶性高分子である場合は、高分子物質のガラス転移温度以上で混合することが好ましい。被混合物が結晶性高分子物質である場合は、高分子物質の融点以上の温度であることが好ましい。被混合物が無機又は有機の粉体である場合は、粉体の均一分散を行いやすいよう、ワックスの融解完了温度よりも十分に低い温度（例えば、ワックスの融解開始温度よりも低い温度）で混合することが好ましい。ただし、ワックスのガラス転移温度よりも低い温度での混合は、ワックスが硬過ぎて、分散状態が悪化したり、混合装置に過度の負荷がかかるなどの悪影響がでる場合があるので、ワック

スのガラス転移温度以上で混合することが好ましい。また、ワックスや被混合物の温度依存性を考慮し、前記の好ましい範囲の中でも、両者の物性が混合に最適な状態になるように混合温度を調整することが好ましい。

【0022】

本発明におけるワックスの融解完了温度、融解ピーク温度、 ΔH と $\Delta H'$ の比 $\Delta H' / \Delta H$ は、例えば、以下の方法で求めることができる。

測定機：セイコー電子工業（株）の型式DSC220

試料容器：品番PN/50-020（アルミ製オープン型試料容器、容量15 μ l）および品番PN/50-021（アルミ製オープン型試料容器クリップ用カバー）

試料重量：約10mg

昇温速度、降温速度：5 $^{\circ}$ C/min

測定温度範囲：用いるワックスに応じて、最適な範囲を選択する。融解完了温度および融解ピーク温度は、一度融解させた後に5 $^{\circ}$ C/minの速度で結晶化させた後、再度5 $^{\circ}$ C/minの速度で昇温させたときのデータを使用して求める。

具体例を挙げると、[1st昇温過程] -30 $^{\circ}$ Cから130 $^{\circ}$ C、[降温過程] 130 $^{\circ}$ C（5分間保持）から-30 $^{\circ}$ C、[2nd昇温過程] -30 $^{\circ}$ Cから130 $^{\circ}$ Cと連続して測定を行い、2nd昇温過程のデータを使用する。

融解完了温度：図1に示すように、融解ピークの高温側のベースラインの接線と、ピークの高温側傾斜ラインの1/5ピーク高さに位置する点の接線とが交差する点の温度を融解完了温度とする。複数のピークが存在する場合は、最も高温側に位置するピークを選択して、融解完了温度を求める。

主ピーク温度：融解曲線のピークの温度を前記データから求める。複数のピークを持つ場合は、融解熱量の最も大きなピークを選択し、それを融解ピーク温度とする。

ΔH ：全ての溶融ピークの吸熱量の合計値

$\Delta H'$ ：混合温度以下の吸熱量

【0023】

本発明の製造方法は、マスターバッチ調製工程と本練り工程とに大別される。

【0024】

マスターバッチ調製工程においては、本練り工程に先立ち予めマスターバッチを調製する。マスターバッチは、該マスターバッチの重量基準で5～45重量%のワックス及び55～95重量%の高分子物質を含む。ここで留意すべきことは、マスターバッチの組成が、目的物であるワックス組成物の組成に対して逆転していることである。即ち、マスターバッチでは高分子物質が主成分であり且つワックスが副成分であるのに対して、目的物であるワックス組成物ではワックスが主成分であり且つ高分子物質が副成分である。このような組成のマスターバッチを予め調製しておき、該マスターバッチにワックスを添加し混練することで、ワックスと高分子物質とが均一に且つ短時間で混合されることを本発明者らは知見したものである。初めからワックス組成物の組成通りにワックスと高分子物質とを混練しても、つまり主成分たるワックスに副成分である高分子物質を混練しても、混練物中に高分子物質の小粒が残存してしまい両者を均一に混合させることができない。

【0025】

逆に、5～45重量%のワックスと55～95重量%の高分子物質とを混練すると、つまり主成分たる高分子物質に副成分たるワックスを混練すると、両者は容易に混合し、両者が均一に混合されたマスターバッチが得られることを本発明者らは知見した。そして、このようにして得られたマスターバッチにワックスを添加して、高分子物質の濃度を希釈することで、ワックスと高分子物質とが均一に混合して、目的物であるワックス組成物が得られる。

【0026】

マスターバッチの調製においては、各種の混練機、例えばバッチ式の加圧ニーダー、オープンニーダー、二軸混練機、ロール混練機等を用いることができる。これらの混練機においては、混練時の温度制御の観点から、混合槽や、ローター及びスクリュウなどの可動

部を冷却できる仕様となっていることが好ましい。

【0027】

バッチ式の混練機を用いてワックスと高分子物質とを混練する場合には、該混練機に投入するワックス及び高分子物質の総容量が、該混練機の容量の60～100%、特に75～85%となるように、ワックス及び高分子物質を該混練機に投入することが、十分な剪断力下に両者が混合されるようになる点から好ましい。混合槽の容量は、使用するバッチ式の混練機のタイプに応じて様々であり特に制限はない。目的物であるワックス組成物の生産量に応じて適切な容量を選択すればよい。

【0028】

マスターバッチの調製においては、ワックスの融解完了温度未満の温度で該ワックスと高分子物質とを混練することが好ましい。ワックスの融解完了温度未満の温度であれば未熔融状態のワックスの結晶が残っていることから、ワックスを見かけ上高粘度の流動体として扱うことができるので、一般的に行われているプラスチック材料のコンパウンドと同様の方法により、ワックスと高分子物質とを混練させることができる。また、ワックスの融解に起因するワックスの急激な粘度低下がなく、高分子物質に十分な剪断力が加わり十分な混練がなされる。

【0029】

マスターバッチの調製においては、ワックス及び高分子物質を混練機に投入する手順に特に制限はない。例えば、ワックスの全量と高分子物質の全量を何れも一括して混練機に投入し混練する方法を採用することができる。しかし、この方法よりも、全量の高分子物質を混練機に一括投入し、次いでワックスを混練機に分割投入する方法を採用する方が、両者を一層均一に混合させ得ることが判明した。

【0030】

ワックスを分割投入する場合には、一回当たりのワックスの投入量が、先に混練機に投入してある非晶性高分子の全量に対して1～15重量%、特に2～6重量%となるようにすることが好ましい。つまり一回当たりのワックス投入量を比較的少量とすることが好ましい。このような分割投入をすることで、ワックスと高分子物質とを一層均一に混合させることができる。

【0031】

またワックスを分割投入する場合には、分割投入の初期においては、投入量を相対的に少量とし、後期においては相対的に多量とすることが好ましい。特に、ワックスの投入回数に連れてその投入量が漸次多くなるようにすることが好ましい。このような分割投入をすることで、混練時間を短縮化できる。混練時間の短縮は、製造コストの低減のみならず、剪断力等に起因する高分子物質の分子量低下を防止する点から特に効果的である。

【0032】

マスターバッチの混練をバッチ式の加圧ニーダーで行う場合は、ワックスの分割投入の各回においては、先ず加圧しない条件下に混練を所定時間行い、次いで加圧蓋等を用いて加圧した条件下に混練を所定時間行うことが好ましい。これによってワックスと高分子物質とを一層均一に混合させることができる。この場合、加圧しない条件下に混練を行う時間よりも、加圧した条件下に混練を行う時間を長くすることが、更に一層の混合均一の観点から好ましい。具体的には、加圧しない条件下に混練を行う時間を0.5～5分間、特に0.5～2分間とすることが好ましい。一方、加圧した条件下に混練を行う時間は0.5～10分間、特に1～3分間とすることが好ましい。

連続式の二軸混練機で混練を行う場合は、前記方法の加圧しない条件下の混練は必ずしも必要ではない。

【0033】

以上の操作によってマスターバッチが得られる。次に得られたマスターバッチとワックスとを混練する本練り工程を行う。この場合、マスターバッチを混練機から一旦取り出し、別の混練機を用いて本練り工程を行うことができる。その場合の混練機としては、マスターバッチ調製工程において用い得るとして先に列挙したものと同様の混練機を用いるこ

とができる。或いは、マスターバッチ調製工程で用いた混練機を引き続き用いて本練り工程を行ってもよい。マスターバッチ調製工程で用いた混練機を引き続き用いる場合であっても、マスターバッチを混練機から一旦取り出し、その一部を用いることが好ましい。この理由は次の通りである。先に述べた通り、マスターバッチ調製工程において、十分な剪断力下にワックスと高分子物質とを混合させるには、混練機に投入する両者の総容量を混練機の混合槽の容量の60～100%とすることが好ましい。従って、マスターバッチが出来上がった時点においては、混練機の混合槽はマスターバッチでほぼ満たされている。それ故、マスターバッチを取り出さずに更にワックスを添加する余裕がないこともあるからである。

【0034】

マスターバッチ調製工程と同様に本練り工程においても、バッチ式の混練機に投入するワックス及びマスターバッチの総容量が、該混練機の容量の60～100%、特に80～90%となるように、ワックス及びマスターバッチを混練機に投入することが、十分な剪断力下に両者が混合されるようになる点から好ましい。

【0035】

混練時の温度条件もマスターバッチ調製工程の場合と同様とすることができる。つまりワックスの融解完了温度未満の温度で混練することが好ましく、またワックスのガラス転移温度以上で混練することも好ましい。更に高分子物質の T_m 以上もしくはガラス転移温度以上で混合することも好ましい。

【0036】

本練り工程においては、ワックス及びマスターバッチを混練機に投入する手順に特に制限はない。例えば、ワックスの全量とマスターバッチの全量を何れも一括して混練機に投入し混練する方法を採用することができる。また、全量のマスターバッチを混練機に一括投入し、次いでワックスを混練機に分割投入する方法を採用することもできる。後者の方法の方が、ワックスとマスターバッチとを一層均一に混合させることができる。この事情はマスターバッチ調製工程の場合と同様である。

【0037】

ワックスを分割投入する場合には、一回当たりのワックス投入量を比較的少量とすることが好ましい。具体的には、一回当たりのワックスの投入量が、先に混練機に投入してあるマスターバッチの全量に対して5～50重量%、特に6～30重量%となるようにすることが好ましい。このような分割投入をすることで、ワックスとマスターバッチとを一層均一に混合させることができる。

【0038】

またワックスを分割投入する場合には、分割投入の初期においては、投入量を相対的に少量とし、後期においては相対的に多量とすることが好ましい。特に、ワックスの投入回数に連れてその投入量が漸次多くなるようにすることが好ましい。このような分割投入をすることで、マスターバッチ調製工程の場合と同様に混練時間を短縮化できる。

【0039】

本練り工程をバッチ式の加圧ニーダーで行う場合は、ワックスの分割投入の各回においては、マスターバッチ調製工程の場合と同様に、先ず加圧しない条件下に混練を所定時間行い、次いで加圧蓋等を用いて加圧した条件下に混練を所定時間行うことが好ましい。これによってワックスとマスターバッチとを一層均一に混合させることができる。この場合、加圧しない条件下に混練を行う時間よりも、加圧した条件下に混練を行う時間を長くすることが、更に一層の混合均一の観点から好ましい。具体的には、加圧しない条件下に混練を行う時間を0.5～5分間、特に0.5～2分間とすることが好ましい。一方、加圧した条件下に混練を行う時間は0.5～10分間、特に1～5分間とすることが好ましい。連続式の二軸混練機で混練を行う場合は、前記方法の加圧しない条件下の混練は必ずしも必要ではない。

【0040】

以上の本練り工程によって、ワックスと高分子物質とが均一に混合したワックス組成物

が得られる。得られたワックス組成物は、混練中に気泡を含むことがある。その気泡を抜くために脱泡を行ってもよい。脱泡には一般的な方法を用いることができる。例えば、減圧下にある恒温槽中でワックス組成物をワックスの融解完了温度以上の温度に保持する方法がある。また混練操作を、減圧手段を持つ混練装置を用いて減圧下でワックスの融解完了温度以上で混合する方法などが用いられる。

【0041】

二軸混練機などを用いて混練を行う場合には、ワックスの融解完了温度未満の温度に制御した混合ゾーンの後ろに、ワックスの融解完了温度以上の温度に加熱した減圧ゾーンを設けて脱泡するという方法も選択できる。複数の二軸押出機、または二軸押出機と単軸押出機を組み合わせ、それぞれで混合と脱泡を行うことも可能である。勿論ワックス組成物の具体的な用途や、本練り工程以降のワックス組成物の加工内容によっては、脱泡の必要がない場合もある。

【0042】

また、被混合物として天然ゴムやイソプレンゴムなどを用いる場合は、ワックスと被混合物との分散状態をより均一にするために得られた前記組成物を前記ワックスの融解完了温度以上に加熱することが好ましい。

【0043】

本発明の製造方法によれば、前記本発明のワックス組成物を短時間で収率よく製造することができ、被混合物をワックス中に均一に分散することができる。特に、ワックスと天然ゴムもしくはイソプレンゴムとの混合を行った場合には、ワックスが未熔融の状態であっても極めて均一な分散が可能となる。

【0044】

本発明の製造方法で得られるワックス組成物は、ワックスを主体とする防湿性組成物や接着用組成物として特に好ましく用いられる。また、製造工程において有機溶剤などを一切用いることなくワックス組成物を得ることができるため、本発明の製造方法で得られるワックス組成物を用いることで食品包装材料を始めとして様々な分野において極めて安全な製品を提供できる。

【実施例】

【0045】

以下、実施例により本発明を更に具体的に説明する。なお、本発明は本実施例に何等制限されるものではない。

【0046】

下記実施例1及び比較例1、2のようにしてワックス組成物を作製した。実施例1及び比較例1、比較例2の混練装置には75L加圧ニーダーを使用した。そして、該組成物について、下記のように分散の均一性を評価した。分散性の評価は、該組成物をワックスの融点以上に加熱して脱泡した後、溶融状態のまま1mm程度の厚みに伸ばして目視により粒状の被混合物の存在の有無を確認する方法で行った。また、混練物の物性を確認するためメルトフローインディクサー（温度125℃、荷重1.25kg）でMFR（メルトフローレート）を測定した。なお、粒状物の視認は未分散状態であると判断した。

【0047】

〔実施例1〕

マイクロクリスタリンワックス（日本精蠟（株）製、品番「Hi-Mic-1070」、融解完了温度86℃、主ピーク温度44℃）を粉碎機で10mm以下に冷凍粉碎した。また、イソプレンゴム（日本ゼオン（株）製、品番Nipol-IR2200）は装置に投入しやすい大きさに切断した。

【0048】

マスターバッチ調整工程において加圧ニーダーへの投入量は、混練容器容量の80%、比重0.9、イソプレンゴム100重量部、マイクロクリスタリンワックス30重量部から算出した。

投入量 = 75 [加圧ニーダー容積: L] × 0.8 [投入容量] × 0.9 [比重]

【0049】

(株)モリヤマ製の加圧ニーダー(DS、DX75型)を用い、加圧ニーダーの混練容器にイソプレンゴム(日本ゼオン(株)製、品番Nipol-IR2200)41.5kg(100重量部)を投入し、回転数30rpmで4分間混練を行い、次いでマイクロクリスタリンワックス(日本精蠟(株)製、品番「Hi-Mic-1070」)12.5kg(30重量部)をイソプレンゴム全量に対して2%から6%の範囲で10分割し、分割投入を行った。ワックス分割投入時には投入毎に加圧なしの混練を約0.5分間行い、その後加圧混練を1.5分間または2分間行った。混練は、混合容器及びローターに約15℃の冷却水を流し、ヒーターは全てOFFの状態で行った。混練終了後の組成物の温度を接触式温度計で直接測定したところ、60~70℃であり、その時の $\Delta H' / \Delta H$ は0.70~0.85であった。

【0050】

得られたマスターバッチ組成物は、気泡を含んだ白色のもので、各成分の分散が均一であることが確認できた。得られた組成物を110℃、窒素気流の乾燥機中で熔融状態にし、再度分散状態を確認したところ、未分散の天然ゴムの存在は確認できなかった。

【0051】

本練り工程での混練のため、得られたマスターバッチ組成物を混練容器から全量取り出し計量を行った。本練り工程において加圧ニーダーへの投入量は、混練容器容量の90%、比重1.0、イソプレンゴム130重量部、マイクロクリスタリンワックス205重量部から算出した。

投入量 = 75 [加圧ニーダー容積: L] × 0.9 [投入容量] × 1.0 [比重]

【0052】

(株)モリヤマ製の加圧ニーダー(DS、DX75型)を用い、加圧ニーダーの混練容器に作成したマスターバッチ組成物26.0kg(130重量部)を投入し、回転数30rpmで5分間混練を行い、次いでマイクロクリスタリンワックス(日本精蠟(株)製、品番「Hi-Mic-1070」)46.5kg(205重量部)をイソプレンゴム全量に対して6%~30%の範囲で11分割し、分割投入を行った。ワックス分割投入時には投入毎に加圧なしの混練を約0.5分間行い、その後加圧混練を1分間または2分間または5分間行った。混練は、混合容器及びローターに約15℃の冷却水を流し、ヒーターは全てOFFの状態で行った。混練終了後の組成物の温度を接触式温度計で直接測定したところ、60~70℃であり、その時の $\Delta H' / \Delta H$ は0.70~0.85であった。

【0053】

得られたワックス組成物は、気泡を含んだ白色のもので、各成分の分散が均一であることが確認できた。得られた組成物を110℃、窒素気流、-500mmHgの乾燥機中で脱泡し、熔融状態で再度分散状態を確認したところ、透明で均一な組成物であり、未分散の天然ゴムの存在は確認できなかった。また、混練物の物性を確認するためメルトフローインデクサー(温度125℃、荷重1.25kg)でMFRを測定した結果、MFR値が約37[g/10分]であった。

【0054】

〔比較例1〕

(株)モリヤマ製の加圧ニーダー(DS、DX75型)を用い、本来得ようとしているワックス主体とした混練物の組成比であるイソプレンゴム30%、マイクロクリスタリンワックス70%組成物の混練を行った。加圧ニーダーへの投入量は、混練容器容量の90%、比重1.0、イソプレンゴム100重量部、マイクロクリスタリンワックス235重量部から算出した。

【0055】

加圧ニーダーの混練容器にイソプレンゴム(日本ゼオン(株)製、品番Nipol-IR2200)20.0kg(100重量部)を投入し、回転数30rpmで5分間混練を行い、次いでマイクロクリスタリンワックス(日本精蠟(株)製、品番「Hi-Mic-1070」)47.5kg(235重量部)をイソプレンゴム全量に対して30%から6

0%の範囲で6分割し、分割投入を行った。ワックス分割投入時には投入毎に加圧なしの混練を約0.5分間または2分間行い、その後加圧混練を1分間または2分間または5分間行った。混練は、混合容器及びローターに約15℃の冷却水を流し、ヒーターは全てOFFの状態で行った。混練終了後の組成物の温度を接触式温度計で直接測定したところ、40~50℃であり、その時の $\Delta H' / \Delta H$ は0.26~0.50であった。

【0056】

得られた組成物は、気泡を含んだ半透明のもので、目視により未混練物のイソプレンゴムが確認できた。得られた組成物を110℃、窒素気流、-500mmHgの乾燥機中で脱泡し、熔融状態で再度分散状態を確認したところ、目視により未分散のイソプレンゴムの存在が確認された。なお、イソプレンゴムの未分散物が多量なので、MFRは測定しなかった。

【0057】

【比較例2】

(株)モリヤマ製の加圧ニーダー(DS-DX75型)を用い、本来得ようとしているワックス主体とした混練物の組成比であるイソプレンゴム30%、マイクロクリスタリンワックス70%組成物の混練を行った。加圧ニーダーへの投入量は、混練容器容量の90%、比重1.0、イソプレンゴム100重量部、マイクロクリスタリンワックス235重量部から算出した。

【0058】

加圧ニーダーの混練容器にイソプレンゴム(日本ゼオン(株)製、品番Nipol-IR2200)20.0kg(100重量部)を投入し、回転数30rpmで5分間混練を行い、次いでマイクロクリスタリンワックス(日本精蠟(株)製、品番「Hi-Mic-1070」)47.5kg(235重量部)をイソプレンゴム全量に対して4%から30%の範囲で10分割し、分割投入を行った。ワックス分割投入時には投入毎に加圧なしの混練を約0.5分間または2分間行い、その後加圧混練を1分間または2分間および5分間行った。混練は、混合容器及びローターに約15℃の冷却水を流し、ヒーターは全てOFFの状態で行った。混練終了後の組成物の温度を接触式温度計で直接測定したところ、40~50℃であり、その時の $\Delta H' / \Delta H$ は0.26~0.50であった。

【0059】

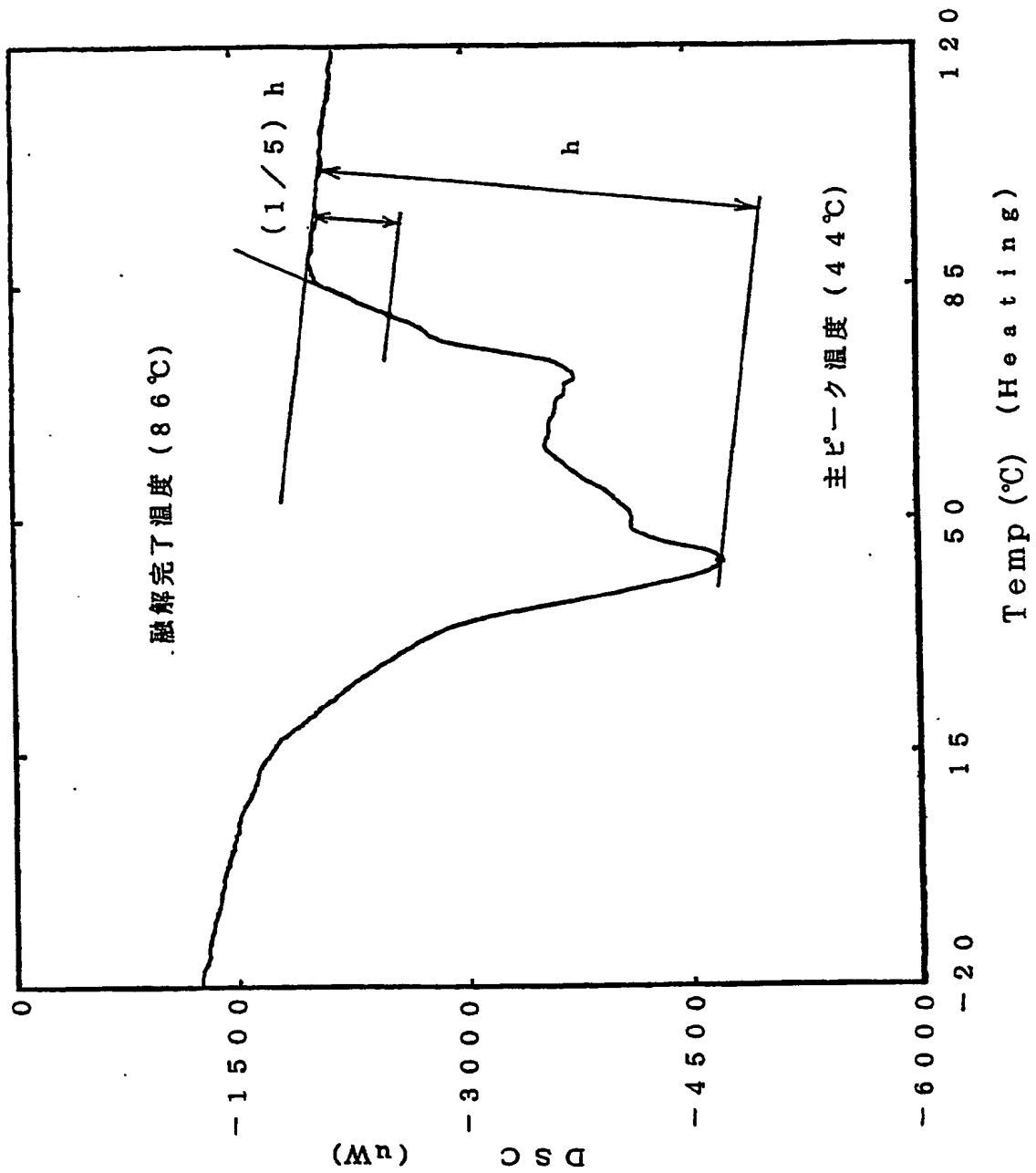
得られた組成物は、気泡を含んだ半透明のもので、目視により未混練物のイソプレンゴムが確認できた。得られた組成物を110℃、窒素気流、-500mmHgの乾燥機中で脱泡し、熔融状態で再度分散状態を確認したところ、目視により未分散のイソプレンゴムの存在が確認された。なお、混練物の物性を確認するため、混練物からイソプレンゴムの未分散物を取り除きメルトフローインデクサー(温度125℃、荷重1.25kg)でMFRを測定した。結果、MFR値が約104[g/10分]で、実施例1で実施したマスターバッチ方法と比較してMFR値が高くなっていることが確認された。

【図面の簡単な説明】

【0060】

【図1】DSC測定結果から融解完了温度、融解ピーク温度を求める説明図である。

【書類名】 図面
【図 1】



【書類名】要約書

【要約】

【課題】 各成分の分散が均一なワックス組成物を、短時間且つ低コストで収率よく製造し得る方法を提供すること。

【解決手段】 本発明の製造方法では、50～95重量%のワックス及び5～50重量%の高分子物質を含むワックス組成物を製造する。本製造方法は、予め5～45重量%のワックス及び55～95重量%の高分子物質を含むマスターバッチを調製するマスターバッチ調製工程と、このマスターバッチにワックスを更に添加し混練する本練り工程とを具備する。

【選択図】 なし

特願 2 0 0 3 - 4 3 1 6 9 8

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [0 0 0 0 0 0 9 1 8]

1. 変更年月日 1 9 9 0 年 8 月 2 4 日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都中央区日本橋茅場町 1 丁目 1 4 番 1 0 号

氏 名 花王株式会社

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☒ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.